

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11147735 A**(43) Date of publication of application: **02 . 06 . 99**

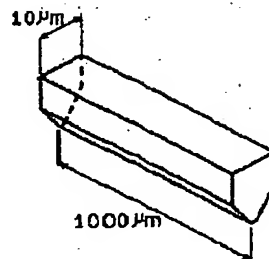
(51) Int. Cl.

**C03C 27/12
// B32B 17/00**(21) Application number: **09312081**(71) Applicant: **SEKISUI CHEM CO LTD**(22) Date of filing: **13 . 11 . 97**(72) Inventor: **NAKAJIMA MINORU****(54) INTERMEDIATE FILM FOR SAFETY GLASS****(57) Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an intermediate film for a safety glass having excellent degassing properties and sealability in a preliminary contact bonding process, capable of improving inferior quality.

SOLUTION: This intermediate film is obtained by forming an embossing composed of a number of uneven parts on both sides of a thermoplastic resin sheet in which the recessed parts of the embossing at least on one side are not in the same level and $Rzv/Rz \approx 0$ is satisfied. Rz shows the surface roughness of at least one side and is an average roughness of ten points measured by using a conical stylus (5 μm radius of curvature of the tip and 90° apex angle) based on JIS B 0601. Rzv shows a surface roughness of negative original form of at least one side and is average roughness of ten points measured by using a wedge-shaped stylus (1,000 μm width of the tip, 90° facing angle) and moving the stylus in the direction perpendicular to the width of the tip based on JIS B 0601.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-147735

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月2日

(51) Int.Cl.⁶
C 0 3 C 27/12

識別記号

F I
C 0 3 C 27/12

C
E

// B 3 2 B 17/00

B 3 2 B 17/00

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-312081

(22) 出願日 平成9年(1997)11月13日

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72) 発明者 中嶋 稔

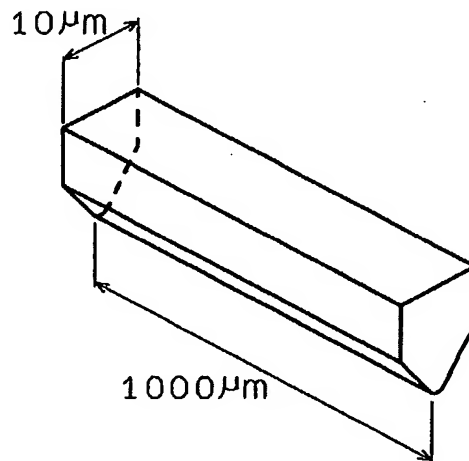
滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業
株式会社内

(54) 【発明の名称】 合わせガラス用中間膜

(57) 【要約】

【課題】 予備圧着工程での脱気性及びシール性に優れ、気泡発生による合わせガラスの品質不良が改善される合わせガラス用中間膜を提供する。

【解決手段】 熱可塑性樹脂シートの両面に多数の凹凸からなるエンボスが形成され、少なくとも片面のエンボスの各凹部は同一水準になく、且つ $R_{zv} / R_z \geq 0.25$ を満たす合わせガラス用中間膜。ここで、 R_z は少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径 $5 \mu\text{m}$ 、頂角 90° ）を用い、J I S B 0 6 0 1 に基づいて測定される十点平均粗さである。 R_{zv} は少なくとも片面のエンボスの陰原型の表面粗さを表し、図1に示す楔状の触針（先端幅 $1000 \mu\text{m}$ 、対面角 90° ）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、J I S B 0 6 0 1 に基づいて測定される十点平均粗さである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂シートの両面に多数の凹凸からなるエンボスが形成され、少なくとも片面のエンボスの各凹部は、同一水準になく且つ $R_{zv}/R_z \geq 0.25$ を満たすことを特徴とする合わせガラス用中間膜。ここで、 R_z は少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径 $5\mu\text{m}$ 、頂角 90° ）を用い、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。 R_{zv} は少なくとも片面のエンボスの陰原型の表面粗さを表し、図1に示す楔状の触針（先端幅 $1000\mu\text{m}$ 、対面角 90° ）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、微細な凹凸からなるエンボスが形成された合わせガラス用中間膜に関する。

【0002】

【従来の技術】 ガラス板の間に、可塑性ポリビニルブチラル等熱可塑性樹脂シートからなる中間膜を接着させた合わせガラスは、自動車、航空機、建築物などの窓ガラスに広く使用されている。

【0003】 この種の合わせガラスは、ガラス板の間に中間膜を挟み、これを押圧ロールに通して扱くか（扱きロール法）或いはゴムバックに入れて減圧吸引し（真空バッグ法）、ガラス板と中間膜との間に残留する空気を脱気しながら予備圧着し、次いでオートクレーブ内で加熱加圧して本圧着を行うことにより製造される。

【0004】 上記合わせガラス用中間膜には、接着性、耐候性、耐貫通性、透明性等の基本性能が良好であることのほかに、保管中に中間膜同士がブロッキングしないこと、ガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性が良好であること、さらに空気の巻き込みを無くすために、予備圧着工程での脱気性が良好であることが要求される。

【0005】 このような要求を満たすために、通常、中間膜の表面には微細な凹凸からなるエンボスが形成されている。微細な凹凸の形態としては、多数の凸部とこの凸部に対する凹部とからなり、この凹部の全てを同一水準で連続するように形成した表面形状のエンボスが開示されている（例えば、特公平1-32776号公報参照）。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、上記従来の中間膜にあっては、保管中のブロッキング性、取扱い作業性及び予備圧着工程での脱気性は相当に改善されるが、例えば、面積が広い合わせガラスや曲率が大きい合わせガラスを製造する場合、或いは合わせガラスの生産

性を上げる場合のように、厳しい条件のもとで脱気する場合には、脱気性及びシール性の点で十分に満足のものではなく、未だ改善の余地がある。

【0007】 すなわち、上記のような厳しい条件のもとで脱気する場合には、特にガラス板と中間膜とのシール状態を全体にわたって均一にすることが難しく、脱気性及びシール性が不完全となり、オートクレーブ内で加熱加圧して本圧着する際に、シール不良部から加圧空気が侵入して、ガラス板と中間膜との間に気泡が発生しやすくなる。

【0008】 このようなシール不良は、予備圧着条件を非常に狭い範囲で厳密に調節することにより、ある程度は改善されるが、適性温度範囲が非常に狭いため、気泡発生による品質不良が多発する。

【0009】 本発明は、上記の問題を解決するもので、その目的とするところは、保管中のブロッキング性やガラス板の間に中間膜を挟む際の取扱い作業性がよいことはもとより、予備圧着工程での脱気性及びシール性に優れ、気泡発生による合わせガラスの品質不良が改善される合わせガラス用中間膜を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】 上記の目的は、熱可塑性樹脂シートの両面に多数の凹凸からなるエンボスが形成され、少なくとも片面のエンボスの各凹部は、同一水準になく且つ $R_{zv}/R_z \geq 0.25$ を満たす合わせガラス用中間膜によって達成することができる。

【0011】 ここで、 R_z は少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径 $5\mu\text{m}$ 、頂角 90° ）を用い、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。

【0012】 R_{zv} は少なくとも片面のエンボスの陰原型の表面粗さを表し、図1に示す楔状の触針（先端幅 $1000\mu\text{m}$ 、対面角 90° ）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。

【0013】 本発明に用いられる熱可塑性樹脂シートとしては、従来の合わせガラスの中間膜に用いられているシートが使用される。例えば、可塑性ポリビニルアセタール系樹脂シート、ポリウレタン系樹脂シート、エチレン-酢酸ビニル系樹脂シート、エチレン-エチルアクリレート系樹脂シート、可塑性塩化ビニル系樹脂シート等が挙げられる。これ等のシートは、接着性、耐候性、耐貫通性、透明性等の合わせガラス用中間膜に要求される基本性能が優れている。

【0014】 特に、可塑性ポリビニルブチラル樹脂シートで代表される可塑性ポリビニルアセタール系樹脂シートが好適である。これ等の熱可塑性樹脂シートの膜厚は、合わせガラスとして必要な耐貫通性等を考慮して決められ、従来の中間膜と同程度で、特に $0.2 \sim 2\text{mm}$ とするのが好ましい。

【0015】そして、上記熱可塑性樹脂シートの両面に、微細な凹凸からなるエンボスが形成される。このようなエンボスを形成するには、従来と同様に、エンボスロール法、メルトフラクチャーを利用した押出リップエンボス法等が採用される。特に、定量的に一定の微細な凹凸からなるエンボスを得るにはエンボスロール法が好適である。

【0016】エンボスロール法で用いられるエンボスロールは、例えば、金属ロール表面に酸化アルミニウムや酸化珪素などの研削材を用いてブラスト処理を行い、次いで表面の過大ピークを減少させるためにバーチカル研削などによりラッピングを行うことにより、ロール表面に微細な凹凸模様を形成したものが好適に使用される。その他、彫刻ミル（マザーミル）を用い、この凹凸模様を金属ロール表面に転写することにより、ロール表面に微細な凹凸模様を形成したもの、エッチング（蝕刻）によりロール表面に微細な凹凸模様を形成したものなどが使用される。

【0017】エンボスの凹凸模様は、上記特定の条件を満たすものであればよく、特に限定されず、整然と規則的に分布していてもよく、雑然と不規則的に分布していてもよい。また、凸部の高さは、全て同じ高さであっても異なる高さであってもよいが、この凸部に対する凹部の深さは同一水準にないものである。

【0018】また、上記凸部の形状も、上記特定の条件を満たすものであればよく、特に限定されない。一般に、三角錐、四角錐、円錐等の錐体、截頭三角錐、截頭四角錐、截頭円錐等の截頭錐体、頭部が山型や半球状となった擬錐体からなる多数の凸部と、これ等の凸部に対する多数の凹部とから構成された凹凸模様とされ、特に、錐体、山型や半球状となった擬錐体からなる多数の凸部を有する凹凸模様が好ましい。

【0019】また、これらのエンボスの凹凸模様の寸法も、上記特定の条件を満たすものであればよく、特に限定されない。一般に、凸部の間隔は10～2000 μ m、特に200～1000 μ mのものが好ましい。また、凸部の高さは5～500 μ m、特に20～100 μ mのものが好ましい。また、凸部の基底面の径（差し渡し）は30～900 μ mのものが好ましい。

【0020】しかし、本発明において、少なくとも片面のエンボスの各凹部は、同一水準に近く且つ $R_{zv}/R_z \geq 0.25$ を満たすことが必要である。ここで、 R_z は少なくとも片面のエンボスの表面粗さを表し、円錐状の触針（先端曲率半径5 μ m、頂角90°）を用い、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。これは、よく知られた通常の十点平均粗さを意味するもので、一般に、デジタル形の触針電気式表面粗さ測定器によって測定される。

【0021】また、 R_{zv} は少なくとも片面のエンボスの陰原型（逆原型ともいう）の表面粗さを表し、図1に

示す楔状の触針（先端幅1000 μ m、対面角90°）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B 0601に基づいて測定される十点平均粗さである。これも、一般に、デジタル形の触針電気式表面粗さ測定器によって測定される。

【0022】上記 R_{zv} は、これを言い換えれば、シート表面のエンボスの凸部を凹部とし、且つエンボスの凹部を凸部とした場合について、楔状の触針（先端幅1000 μ m）を用いて測定される十点平均粗さといえる。ここで、楔状の触針の先端幅を1000 μ mとしたのは、エンボスの凸部及び凹部の間隔（通常は200～1000 μ m）を考慮したもので、このような先端幅1000 μ mの触針を用いることにより、エンボスの凹部のうち、特に深い凹部の形状変化が測定される。

【0023】そして、この R_{zv} は、エンボスの凹部の水準を表すパラメーターとなるもので、脱気の際の空気の抜けやすさ及びシール性と密接な関係があることが判った。なお、上記 R_z は、エンボスの凸部の状態を表すパラメーターとなるもので、空気の移動に対する抵抗となるとともに、合わせ加工時のエンボスの潰れやすさと密接な関係がある。

【0024】そこで、 R_{zv} と R_z との関係を種々検討した結果、 $R_{zv}/R_z \geq 0.25$ を満足しておれば、予備圧着工程での脱気性及びシール性に優れ、オートクレーブ内で加熱加圧して本圧着する際に、シール不良部から加圧空気が侵入して、ガラス板と中間膜との間に気泡が発生し難い中間膜が得られることを、実験により見出した。

【0025】なお、中間膜同士のブロッキングは保管中に重ねられる中間膜の枚数にもよるが、通常、十点平均粗さ（ R_z ）が20～100 μ mの中間膜が使用され、しかもこれ等の中間膜は500～1000枚の自重を考慮すればよく、そのような状態での荷重では、中間膜が上述の特定の条件を満たしておれば、耐ブロッキング性が良好であるとともに、保管中や合わせ加工の際の取扱い作業が容易であることも判った。

【0026】本発明の中間膜においては、その両面が上記特定の表面粗さになっているものが好ましいが、一方の面のみが上記特定の表面粗さになっていて、他方の面は従来の微細な凹凸からなるエンボスが形成されたものであってもよい。こうして、この発明の合わせガラス用中間膜が得られる。

【0027】本発明の中間膜を用いて合わせガラスを製造するには、通常の合わせガラスの製法と同様に、予備圧着と本圧着とを行う。例えば、可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートからなる中間膜を用いる場合は、具体的には、次のように予備圧着と本圧着とを行う。

【0028】すなわち、予備圧着は、二枚の透明な無機ガラス板の間に中間膜を挟み、この積層体を、例えば、ゴムバッグに入れ、ゴムバッグを排気系に接続して約一

400～750mmHgの真空（絶対圧力360～10mmHg）に吸引減圧しながら温度を上げ、約50～100℃で予備圧着する方法（真空バッグ法）、或いは上記積層体をニップロールに通し、例えば、圧力約2～10kg/cm²、温度約50～80℃の条件で扱って脱気しながら予備圧着する方法（扱きロール法）が採用される。

【0029】次いで、予備圧着された積層体は、常法によりオートクレーブを用いるか或いはプレスを用いて、約120～150℃の温度、約10～15kg/cm²の圧力で本圧着される。こうして、合わせガラスが製造される。

【0030】なお、上記ガラス板としては、無機ガラス板のみならず、ポリカーボネート板、ポリメチルメタクリレート板などの有機ガラス板も使用することができる。また、合わせガラスの積層構成は、ガラス板／中間膜／ガラス板の三層構成のみならず、ガラス板／中間膜／ガラス板／中間膜／ガラス板のような多層構成とすることができる。

【0031】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施例及び比較例を示す。

（実施例1）金属ロール表面にアルミナ質研削材（＃200）を用いてブラスト処理を行い、次いでバーチカル研削によりラッピングを行い、多数の山型の凹凸が不規則に形成されたエンボスロールを作製した。

【0032】一方、ポリビニルブチラル樹脂（平均重合度1700、残存アセチル基1モル%、ブチラル化度65モル%）100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート40重量部と、接着剤調整剤として酢酸マグネシウム0.2重量部を混合し、この混合物を押出機により熔融混練し押出金型よりシート状に押出して、厚さ0.76mmのポリビニルブチラルシートを成形した。

【0033】上記一対のエンボスロール及びポリビニルブチラルシートを用い、常法により、ポリビニルブチラルシートの両面に多数の山型の凹凸が不規則に形成され、各凹部は同一水準にない中間膜を製造した。中間膜の含水率は0.4～0.5重量%に調整した。

【0034】（実施例2）金属ロール表面にアルミナ質研削材（＃150）を用いてブラスト処理を行い、次いでバーチカル研削によりラッピングを行い、多数の山型の凹凸が不規則に形成されたエンボスロールを作製した。

【0035】このエンボスロールを用いたこと以外は、実施例1と同様にして、ポリビニルブチラルシートの両面に多数の山型の凹凸が不規則に形成され、各凹部は同一水準にない中間膜を製造した。

【0036】（実施例3）金属ロール表面にアルミナ質研削材（＃200）を用いてブラスト処理を行い、次い

でバーチカル研削によりラッピングを行い、その後球状の熔融アルミナ（＃46）を用いてロール表面に軽く凹凸を付与し、多数の山型の凹凸が不規則に形成されたエンボスロールを作製した。

【0037】このエンボスロールを用いたこと以外は、実施例1と同様にして、ポリビニルブチラルシートの両面に多数の山型の凹凸が不規則に形成され、各凹部は同一水準にない中間膜を製造した。

【0038】（比較例1）金属ロール表面にアルミナ質研削材（＃400）を用いてブラスト処理を行い、次いでバーチカル研削によりラッピングを行い、その後球状の熔融アルミナ（＃46）を用いてロール表面に軽く凹凸を付与し、多数の山型の凹凸が不規則に形成されたエンボスロールを作製した。

【0039】このエンボスロールを用いたこと以外は、実施例1と同様にして、ポリビニルブチラルシートの両面に多数の山型の凹凸が不規則に形成され、各凹部は同一水準にない中間膜を製造した。

【0040】（比較例2）金属ロール表面にアルミナ質研削材（＃650）を用いてブラスト処理を行い、次いでバーチカル研削によりラッピングを行い、その後球状の熔融アルミナ（＃46）を用いてロール表面に軽く凹凸を付与し、多数の山型の凹凸が不規則に形成されたエンボスロールを作製した。

【0041】このエンボスロールを用いたこと以外は、実施例1と同様にして、ポリビニルブチラルシートの両面に多数の山型の凹凸が不規則に形成され、各凹部は同一水準にない中間膜を製造した。

【0042】上記各実施例及び各比較例で得られた中間膜について、下記の方法でエンボスの表面粗さR_z及びエンボスの陰原型のR_{zv}を測定した。また、これらの中間膜を用いて、下記の方法で合わせガラスを作製し、これらの合わせガラスについて、下記の方法でベークテストを行い、予備圧着工程での脱気性及びシール性を評価した。その結果をまとめて表1に示した。

【0043】＜R_z及びR_{zv}の測定＞デジタル形の触針電気式表面粗さ測定器（SE-2000：（株）小坂研究所製）により、円錐状の触針（先端曲率半径5μm、頂角90°）を用い、JIS B 0601に基づいて、上記中間膜の十点平均粗さR_zを測定した。

【0044】また、一般型取り用シリコンRTV KE-20（信越化学社製）を使用し、上記中間膜のエンボスの陰原型をとり、この陰原型の表面粗さR_{zv}を、図1に示す楔状の触針（先端幅1000μm、対面角90°）を用い、この触針を先端幅に対して直交する方向に移動させ、JIS B 0601に基づいて表面粗さR_{zv}を測定した。

【0045】＜脱気性及びシール性の評価＞次の方法（扱きロール法及び真空バッグ法）により予備圧着を行い、その後本圧着を行って、合わせガラスを作製した。

【0046】(a) 扱きロール法

中間膜を二枚の透明なフロートガラス板（縦30cm×横30cm×厚さ3mm）の間に挟み、はみ出た部分を切り取り、こうして得られた積層体を加熱オーブン内で、積層体の温度（予備圧着温度）がそれぞれ60℃、70℃、80℃になるように加熱し、その後ニップロール（エアースリンダー圧力3.5kg/cm²、線速度10m/分）に通すことにより予備圧着を行った。

【0047】(b) 真空バッグ法

中間膜を二枚の透明なフロートガラス板（縦30cm×横30cm×厚さ3mm）の間に挟み、はみ出た部分を切り取り、こうして得られた積層体をゴムバッグ内に移し、ゴムバッグを吸引減圧系に接続し、外気加熱温度で加熱すると同時に-600mmHg（絶対圧力160mmHg）の減圧下で10分間保持し、積層体の温度（予

* 備圧着温度）がそれぞれ60℃、80℃、100℃になるように加熱し、その後、大気圧に戻して予備圧着を終了した。

【0048】上記(a)及び(b)の方法で得られた積層体を、それぞれオートクレーブ内で、温度140℃、圧力13kg/cm²の条件下に10分間保持した後、50℃まで温度を下げ大気圧に戻すことにより本圧着を終了して、合わせガラスを作製した。

【0049】（合わせガラスのベークテスト）上記合わせガラスを140℃のオーブンで2時間加熱し、オーブンから取り出し3時間冷却し、合わせガラスに発泡（気泡）が生じた枚数を調べて、脱気性を評価した。試験枚数は各100枚とした。

【0050】

【表1】

	実施例1			実施例2			実施例3			比較例1			比較例2		
凸部の形状 配置	山型 不規則			山型 不規則			山型 不規則			山型 不規則			山型 不規則		
エンボスの表面粗さR _z (μm)	39.4			40.2			42.1			38.2			42.5		
レプリカの表面粗さR _{zv} (μm)	9.9			10.9			12.6			9.2			7.5		
R _{zv} /R _z	0.251			0.271			0.299			0.241			0.176		
予備圧着温度(℃) ・扱きロール法 ・真空バッグ法	60 60	70 80	80 100	60 60	70 80	80 100	60 60	70 80	80 100	60 60	70 80	80 100	60 60	70 80	80 100
合わせガラスのベークテスト(発泡枚数)(枚/100枚) ・扱きロール法 ・真空バッグ法	2 5	2 1	0 0	6 3	2 1	0 0	5 5	1 1	0 0	40 8	10 6	0 0	50 10	20 5	0 0

【0051】

【発明の効果】上述の通り、熱可塑性樹脂シートの内面に多数の凹凸からなるエンボスが形成され、少なくとも片面のエンボスの各凹部は、同一水準になく且つ本文で説明したような特定の範囲（R_{zv}/R_z≧0.25）を満たす合わせガラス用中間膜は、保管中のブロッキング性や合わせ加工の際の取扱い作業性がよいことにより、予備圧着工程での脱気性及びシール性に優れる。

【0052】したがって、本発明の合わせガラス用中間膜を用いて合わせガラスを製造すると、特に面積が広い合わせガラスや曲率が大きい合わせガラスを製造する場合や合わせガラスの生産性を上げる場合であっても、脱気が行われ、ガラス板と中間膜とのシールも十分※

※に行われ、オートクレーブ内で加熱加圧して本圧着する際に、シール不良部から加圧空気が侵入して、ガラス板と中間膜との間に気泡が発生するような品質不良が改善され、特に透明性が優れた合わせガラスを得ることができる。

【0053】また、本発明の合わせガラス用中間膜によれば、予備圧着工程において広い温度範囲で良好な脱気及びシールが可能となり、予備圧着温度の管理が容易となり合わせ加工の作業性が著しく向上するという利点がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】R_{zv}の測定に用いる楔状の触針（先端幅1000μm、対面角90°）を示す斜視図である。

【図 1】

